

特開平9-80251

(43) 公開日 平成9年(1997)3月28日

(51) Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 2 B 6/24			G 0 2 B 6/24	
C 0 9 J 163/00	J F K		C 0 9 J 163/00	J F K
// C 0 8 G 59/68	N K L		C 0 8 G 59/68	N K L

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号	特願平7-234225	(71) 出願人	000002141 住友ベークライト株式会社 東京都品川区東品川2丁目5番8号
(22) 出願日	平成7年(1995)9月12日	(72) 発明者	三宅 澄也 東京都品川区東品川2丁目5番8号 住友 ベークライト株式会社内
		(72) 発明者	小森 慎司 東京都品川区東品川2丁目5番8号 住友 ベークライト株式会社内

(54) 【発明の名称】 光学部品固定用接着剤

(57) 【要約】

【課題】 従来の金属接合法や樹脂系接着剤では達成できなかった良好な作業性、高い信頼性を有する光学部品固定用接着剤を提供する。

【解決手段】 ダイセル化学工業製脂環式エポキシセロキサイド2021 30%、1, 6-ヘキサジオール2%、旭電化工業製光カチオン硬化触媒SP150 1. 5%、平均粒径6ミクロンで70ミクロン以上の粗粒子をカットした溶融球状シリカA 56. 5%、平均粒径12ミクロンで70ミクロン以上の粗粒子をカットした溶融破砕状シリカB 10. 0%を配合、3本ロールで10分混練し、接着剤を得た。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 光ファイバーなどの光学部品を接着固定する接着剤において、当該接着剤硬化物の線膨張係数 $(1/^{\circ}\text{C}) \times \text{ヤング率} (\text{kgf}/\text{mm}^2)$ の値が 0.04 以下でかつ線膨張係数が $3 \times 10^{-5} (1/^{\circ}\text{C})$ 以下であることを特徴とする光学部品固定用接着剤。

【請求項2】 前記接着剤が、(a) エポキシ樹脂、(b) 1分子中に水酸基を2個以上もつ化合物、(c) カチオン硬化触媒、(d) 無機充填材を必須とする請求項1記載の光学部品固定用接着剤。

【請求項3】 前記接着剤成分(d)の無機充填材が溶融シリカであり、その含量が接着剤中に占める重量分率が 40 重量パーセント(以下単に%と略す)以上、 80 %以下である請求項1記載の光学部品固定用接着剤。

【請求項4】 請求項3における成分(d)の溶融シリカのうち重量分率が 50 %以上が球状溶融シリカである請求項1記載の光学部品固定用接着剤。

【請求項5】 成分(a)のエポキシ樹脂のうち重量分率が 60 %以上が脂環式エポキシ樹脂であり、成分(b)の1分子中に水酸基を2個以上もつ化合物が多価アルコールであり、かつ(b)の添加重量をAとし、エポキシ樹脂の添加重量をBとすると、 $A:B=5:9.5$ から $50:50$ の範囲内であり、成分(c)の硬化触媒が光カチオン硬化触媒である請求項1記載の光学部品固定用接着剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は光学部品特に光ファイバーを接着固定する接着剤に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 近年、情報化社会の急速な発展に伴い、光通信や家電分野においても光ファイバーや光電変換素子の需要がますます高まっている。特に光ファイバーに関しては増波路と光ファイバー間の接合を従来はレーザー溶接や半田接合などの金属接合法で行っていたが、固定精度が悪い、高温を要する部分には適用できないなどの問題点があった。また最近樹脂系の接着剤も出ているが、一般的に硬化収縮を低減するために無機充填材を多量に入れ、硬くもろい材料となっており、接着力が弱く、温度サイクル試験でクラックや剥離が発生するなどの問題点が出ている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は前述のような従来の問題点を解決すべく、鋭意検討の結果なされたものであり、従来の金属接合法や樹脂系接着剤では達成できなかった良好な作業性、高い信頼性を有する光学部品固定用接着剤に関するものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】 本発明は接着剤硬化物の線膨張係数 $(1/^{\circ}\text{C}) \times \text{ヤング率} (\text{kgf}/\text{mm}^2)$ の値が

0.04 以下でかつ線膨張係数が $3 \times 10^{-5} (1/^{\circ}\text{C})$ 以下であることを特徴とする光学部品固定用接着剤である。

【0005】

【発明の実施の形態】 一般に樹脂とインサート(挿入物、たとえば光ファイバー)の界面にかかる応力を σ とすると、インサートの線膨張係数が樹脂に比べて十分小さい時、

$$\sigma = \int \alpha \cdot E \cdot dt \quad (\alpha: \text{線膨張係数}, E: \text{ヤング率}, t: \text{温度})$$

で定義され、線膨張係数、ヤング率各々単独では一義的に決まらず、線膨張係数とヤング率の積で決まることになる。本発明ではこの事実に着目し、鋭意検討を重ねた結果、接着剤の硬化物における線膨張係数 $(1/^{\circ}\text{C})$ とヤング率 (kgf/mm^2) の積が 0.04 以下でかつ線膨張係数が $3 \times 10^{-5} (1/^{\circ}\text{C})$ 以下の場合に応力が低減され、温度サイクル試験でクラックや剥離が発生せずまた温度サイクル試験後の接着力もきわめて高いことが判明した。

【0006】 線膨張係数が $3 \times 10^{-5} (1/^{\circ}\text{C})$ をこえると、たとえ線膨張係数 \times ヤング率が 0.04 以下であっても温度サイクルなどの冷熱衝撃条件下では樹脂中や被着体との界面に徐々に残存ひずみが蓄積し、不具合が発生する。また用いる樹脂については接着性や光学部品の接着において重要な位置合わせの容易さという観点から、短時間に位置固定できる光硬化単独あるいは熱硬化との併用が可能なエポキシ樹脂、しかもカチオン硬化系が好ましい。さらにカチオン硬化系の場合、硬化速度が速い脂環式エポキシがエポキシ樹脂のうち重量分率が 60 %以上含有されていることがより好ましく、このような脂環式エポキシ樹脂としては3,4-エポキシシクロヘキシルメチル(3,4-エポキシシクロヘキサン)カルボキシレートに代表される、シクロアルケンの環内二重結合を過酸化物で酸化した、エポキシを導入したものを例示することができる。

【0007】 またこの樹脂系には樹脂への柔軟性の付与や硬化速度の促進などの点で1分子中に水酸基を2個以上もつ化合物、より好ましくは多価アルコールが含まれていることが好ましい。この多価アルコールとしてはヘキサングリコール、ネオペンチルグリコール、トリメチロールプロパン、グリセリンなどが例示される。しかしアルコール以外のフェノール樹脂などのフェノール性水酸基を有するものでも特に問題はない。多価アルコールの添加量Aとエポキシ樹脂の添加量Bの比率はA:B=5:9.5から50:50の範囲内が好ましく、多価アルコールが少なすぎると硬化物が多少脆くなったり、硬化が遅くなったりする傾向があり、多すぎると硬化不良をおこす。

【0008】 またカチオン硬化系に用いられる硬化触媒としては光カチオン硬化触媒としてトリアリールスルホ

ニウム塩が広く使用されているが、他にもヨードニウム塩、ジアゾニウム塩系の硬化触媒は当業者には公知のものである。また熱カチオン硬化触媒は一般のプロトン酸、ルイス酸、トリアルキルオキシニウム塩、カルボニウム塩、ジアゾニウム塩、アルキル化剤、アンモニウム塩、スルホニウム塩、ホスホニウム塩などが例示される。しかし光学部品の位置合わせの容易さを考慮すれば、光カチオン硬化触媒を用いることが好ましいが、熱カチオン硬化触媒を用いても何ら問題はない。

【0009】本接着剤に用いられる充填材は無機充填材が好ましい。具体的には炭酸カルシウム、結晶シリカ、溶融シリカ、アルミナ、マグネシア、クレー、タルク、セラミック粉末、ガラス繊維などが例示されるが、線膨張係数を考慮すると溶融シリカが好ましく、その添加量は接着剤の全重量中に占める比率で40%以上、80%以下であることが好ましい。40%より少ないと線膨張係数が大きくなりすぎ、80%より多いと流動性が著しく低下し、作業性の低下をまねく。さらに良好な流動性を発現するために、全溶融シリカ中、重量分率で50%以上が球状溶融シリカであることがより好ましい。また本発明においては可とう性を得るためのエラストマーや消泡剤、カップリング剤など必要に応じて添加することは何らさしつかえない。

【0010】本発明における光学部品固定用接着剤はたとえば光ファイバーのV溝固定に用いる場合、位置合わせの後、ディスプレイなどで本接着剤を塗布し、高圧水銀ランプやメタルハイドランプなどの紫外光を用い

て、硬化、固定する。この場合影になって光が通らないところが生じる場合や、膜厚が厚い場合などは熱カチオン硬化も併用すると有利である。

【0011】

【実施例】

(実施例1) ダイセル化学工業製脂環式エポキシ セロキサイド2021 30%、1, 6-ヘキサジオール 2%、旭電化工業製光カチオン硬化触媒SP150 1.5%、平均粒径6ミクロンで70ミクロン以上の粗粒子をカットした溶融球状シリカA 56.5%、平均粒径12ミクロンで70ミクロン以上の粗粒子をカットした溶融破砕状シリカB 10.0%を配合、3本ロールで10分混練し、接着剤を得た。この硬化物の線膨張係数は熱機械分析装置にて5℃/minの昇温速度で測定し、ヤング率はテンシロンを用いて常温にて測定した。硬化条件は表2に示す。接着力の測定は図1のようなガラス製テストピースを作製し、図2に示すような方法で5000W高圧水銀ランプにて光を照射し、テストピースを接着した後、テンシロンを用いて5mm/minで引っ張りモードにて接着直後および下限-40℃、上限85℃の温度サイクル500サイクル実施後の接着力の変化をみた。またさらに確認のため、石英製125ミクロン径のシングルモード光ファイバーをV溝固定し、前記と同一条件の温度サイクル500サイクルを行い、不良の有無をみた。結果を表1および表2に示す。

【0012】

【表1】

(単位：重量パーセント)

		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
セロキサイド2021	*1	30	17	20	15	60	30	10	5
KRM-2199	*2		5						
ビスフェノールA型エポキシ	*3			10					27
1, 6-ヘキサジオール		2		17.5		7	2		
リカビノールHB	*4		10		2			4.3	
PR-51714	*5				5				
SP150	*6	1.5	1.5	2.5	1	3	1.5	0.7	1.5
CP66	*7				0.5				
球状溶融シリカ A		56.5	46.5	25	66.5	30			56.5
破砕溶融シリカ B		10	20	25				8.5	10
球状アルミナ C					10		66.5		
合 計		100	100	100	100	100	100	100	100

*1：ダイセル化学工業製 脂環式エポキシ樹脂

*2：旭電化工業製 脂環式エポキシ樹脂

*3：エポキシ当量185のビスフェノールA型エポキシ樹脂

*4：新日本理化製 水素化ビスフェノールA

*5：住友デュレズ製 フェノールノボラック

*6：旭電化工業製 光カチオン硬化触媒

*7：旭電化工業製 熱カチオン硬化触媒

【0013】

【表2】

表2

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
硬化条件 UV (J/cm ²)	5	5	5	5	5	5	5	5
熱硬化	—	—	—	150℃, 1hr	—	—	—	—
線膨張係数 α (1/℃)	2.0×10^{-6}	2.1×10^{-6}	2.8×10^{-6}	2.0×10^{-6}	3.5×10^{-6}	2.8×10^{-6}	—	—
ヤング率 E (kgf/mm ²)	1400	1300	1000	1900	800	1600	測定不能	測定不能
$\alpha \times E$	0.028	0.027	0.028	0.038	0.028	0.045		
初期接着力 (kgf)	4.0	4.3	3.6	4.4	4.9	4.1		
温度サイクル後接着力 (kgf)	3.5	3.9	3.2	3.5	0	0		
V溝固定ファイバー 温度サイクルテスト	不良なし	不良なし	不良なし	不良なし	ハクリ	クラック		

1) 粘度が高くテストピース作製不能

2) 硬化不能

【0014】（実施例2～4および比較例1、2）すべて配合は表1のように実施し、評価方法も実施例1と同様に実施した。結果は表2にまとめた。

（比較例3、4）比較例3、4も表1の配合に従い、材料化し、評価しようとしたが表2のように各々粘度が高すぎたり、硬化性が悪く、評価中止した。

【0015】

【発明の効果】本発明の光学部品固定用接着剤は、良好な作業性と従来にない高い信頼性特に温度サイクル性に優れる接着剤である。

【図面の簡単な説明】

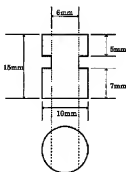
【図1】ガラス製テストピースの側面図および上面図

【図2】接着方法。なお用いた紫外光のガラス板を透過した後の光量を実測し、硬化条件を定めた。

【符号の説明】

- 図1に示したテストピース
- 接着剤
- 50mm×50mm×3mm厚ガラス板
- UV照射方向
- 接着力測定方向
- テンシロンチャック取り付け部

【図1】



【図2】

